

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



**DESCRIP :** PATENT  
**TITLE :** Solid-form perfuming compsn. - contains powder of spherical silicone resin, perfume and oily component  
**ASSIGNEE :** SHISEIDO CO LTD  
**PACODE :** SHIS  
**ACCNNO :** 422095  
**DATE :** 19971007  
**ABSTRACT :** < BASIC> JP 9263525 A The composition contains 30-60 wt.% powder of spherical silicone resin, 5-25 wt.% perfume and oily component. ADVANTAGE - The composition has good shelf stability and stability of fragrance. Dwg.0/0  
**COPYRIGHT:** FOR INTERNAL USE ONLY - PORTIONS COPYRIGHT BY DERWENT INTERNATIONAL LIMITED - 1997  
**PNBASIC :** J09263525  
**PRIORNO :** J09699436  
**DATEPR :** 19960328  
**EQUIVDOC :** **J09263525** J09699436 JPAT  
**SUBJECT :** SOLID FORM COMPOSITION CONTAIN SPHERE RESIN OIL SSA  
**SUBJECTP :** Personal Care; Si-Resin; Si-Resin  
**LANG :** JAPANESE  
**TYPE :** PTNT  
**IPCODE :** A61K-007/46; C11B-009/00  
**DPCODE :** A26; A96; D21  
**MANUAL :** A06-A00E3; A12-V04C; D08-B  
**YEAR :** 1997  
**YEARPR :** 1996  
**COMMENT :** 97-545470/50 < XRAM> C97-174060  
**RDATEMD :** Nov 13, 2001  
**RDATENT :** Feb 16, 1998  
**UPDATER :** TDD

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-263525

(43)公開日 平成9年(1997)10月7日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 K 7/46			A 6 1 K 7/46	A
	4 4 1			4 4 1
C 1 1 B 9/00			C 1 1 B 9/00	Z

審査請求 未請求 請求項の数6 F D (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平8-99436

(22)出願日 平成8年(1996)3月28日

(71)出願人 000001959

株式会社資生堂

東京都中央区銀座7丁目5番5号

(72)発明者 秋山 靖子

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株

式会社資生堂第一リサーチセンター内

(54)【発明の名称】 固形状香料組成物

(57)【要約】

【課題】本発明は、使用時および使用後にサッパリとした高級な使用感を有し、しかも外観が良く、香料に対する匂い安定性、保存安定性などの特性が消費者に総合的に満足される油性固形状香料組成物を提供することを目的とする。

【解決手段】球状シリコーン樹脂粉末30～55重量%と香料5～25重量%と油性成分とを含有する油性固形状香料組成物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 球状シリコーン樹脂粉末30～60重量%と香料5～25重量%と油性成分とを含有する油性固形状香料組成物。

【請求項2】 球状シリコーン樹脂粉末が平均粒子径0.3～15 $\mu\text{m}$ のポリメチルシルセスキオキサン粉末である請求項1記載の油性固形状香料組成物。

【請求項3】 固形又は半固形油分を5～30重量%含有する請求項1または請求項2記載の油性固形状香料組成物。

【請求項4】 前記固形又は半固形の油分が融点53℃以上の炭化水素系油分を含む請求項3記載の油性固形状香料組成物。

【請求項5】 液状油分を15～40重量%含有する請求項1ないし請求項4のいずれかの請求項記載の油性固形状香料組成物。

【請求項6】 前記液状油分が、30℃における粘度が50cps以下であり、炭化水素系油分、高級脂肪酸と高級アルコールまたは多価アルコールとの合成エステル油、およびシリコーン油からなる群から選ばれる一種又は二種以上である請求項5記載の油性固形状香料組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、香料と球状シリコーン樹脂と油性成分とを配合した、香りを訴求する油性の固形状香料組成物に関するものであり、外観もよく保存安定性に優れ、肌への付着性、伸展性、香りの持続性等の官能特性が良好で、特に香料を多量に配合した系で、香りの安定性が良好な油性固形状香料組成物を提供する。

## 【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】従来の香料を多量配合した肌に塗布するタイプの油性固形状香料組成物（練り香水など）は、こってりとした使用感だがべたつきがあり、塗布後感も好ましいものではなかった。本発明の目的は、使用時及び使用後にサッパリとした高級な使用感を有し、しかも外観が良く、香料に対する匂い安定性、保存安定性などの特性が消費者に総合的に満足される油性固形状香料組成物を提供することにある。

## 【0003】

【課題を解決するための手段】前記従来の技術の課題に鑑み、本発明者等が鋭意研究した結果、球状シリコーン樹脂を配合した場合に、香りに対する安定性が良く、しか

（処方）

球状粉末（各種）	20重量部
油分（流動パラフィン：シリコーン油＝1：1）	55
香料	25

（調製方法）油分を90℃に加熱し、球状粉末と香料を加えて1時間混合した後、室温に戻す。

も使用時の伸展性、肌への付着性、香りの持続性が優れることを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明の油性固形状香料組成物は、球状シリコーン樹脂粉末30～60重量%と香料5～25重量%と油性成分とを含有することを特徴とする。本発明の油性固形状香料組成物は、固形又は半固形油分を5～30重量%含有することが好ましく、また、液状油分を15～40重量%含有することが好ましい。また、本発明の油性固形状香料組成物は、前記固形又は半固形の油分が融点53℃以上の炭化水素系油分であることが好ましい。また、本発明の油性固形状香料組成物は、前記液状油分が、30℃における粘度が50cps以下であり、炭化水素系油分、高級脂肪酸と高級アルコールまたは多価アルコールとの合成エステル油、およびシリコーン油からなる群から選ばれる一種又は二種以上であることが好ましい。

## 【0004】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施形態に基づき、本発明をさらに詳細に説明する。本発明に用いられる球状シリコーン樹脂粉末としてはポリメチルシルセスキオキサン粉末が挙げられる。これはシロキサン結合を骨格とした網目状構造の高分子量体で組成式 $(\text{CH}_3\text{SiO}_{1.5})_n$ で表わされ、溶剤にも熱にも安定で、真球状に近い白色の粉末である。市販品としてはトスパール120、トスパール145（いずれも東芝シリコーン（株））などが挙げられる。更に、球状シリコーン樹脂としては、平均粒子径が0.3～15 $\mu\text{m}$ のものが好ましく、平均粒子径が3～10 $\mu\text{m}$ のものがより好ましい。0.3 $\mu\text{m}$ 未満では粉っぽくなり、15 $\mu\text{m}$ を超えるとザラついた使用感となる傾向がある。

【0005】この球状シリコーン樹脂粉末と同様、比較的分散性が良好で、すべりが良い粉末として、他にポリアミド樹脂（ナイロン）、ポリメタクリル酸メチル（PMMA）、ポリエチレン、ポリスチレン、シリカ等の球状粉体も開発されている。一方、香料は複雑な化合物から成り、化学的な活性を持っている。本発明の系は、このような香料を多量配合する系であり、一方、球状粉体側にもその材質によっては（触媒）活性があり、しかも前記の様な香料を多量配合する系では、香料・粉体双方の相互作用によって香りに対して悪影響を及ぼす可能性がある。

【0006】そこで下記の様な単純処方系において、本発明の球状シリコーン樹脂粉末と他の球状粉末との比較を行った。結果を表1に示す。

## 【0007】

## 【表1】

単独処方系での香りの安定性

香料の種類			A	B	C
香りの系統			70-76系	70-76系	70-76系
球状粉末	シリコン樹脂	粒径 $\mu\text{m}$ 3~10	◎	◎	◎
他の球状粉末	シリコン樹脂	5~13	△増粘	一固化	一固化
球状粉末	球状シリカ	4~6	×	×	×
球状粉末	架橋シリカ	8.6	○△	△	△
球状粉末	ポリアミド樹脂 (ナイロン)	2~10	×	△	△

【0008】〔サンプル〕50℃、4週間保存品。室温にもとして判定。

〔判定者〕香りの専門パネル2名による判定

〔評価基準〕

◎：非常に良好

△：普通

○：良好

×

○△：やや良い

××：非常に劣る

【0009】表1の結果から、本発明に用いられる球状シリコン樹脂粉末の場合には、製造過程で加熱され、かつ高温保存されても、香料の本来の香りを損なうことなく保っており、如何に優れたものであるかが理解される。これに対し、他の球状粉末を配合した場合は、高濃度の香料を配合する油性固形状香料組成物として満足される水準ではなかった。

【0010】本発明の球状シリコン樹脂粉末の配合量は、剤型及び他の配合成分、特に他の粉末との関係で異なるが、30~60%の範囲が好ましい。さらに好ましくは45~53%の範囲である。30%未満ではさっぱりとした優れた使用感が得られず、60%を超えると流動性がなくなるため均一な組成物が得られないため、好ましくない。

【0011】本発明の油性固形状香料組成物は肌に塗布して香りを楽しむことを主な目的としていることから、本発明に用いられる香料は、主に化粧品用香料であるが、それに限定されるものではない。また、単品香料が用いられることもあるが、通常は複数の香料を調査して配合する。本発明に用いる香料の配合量は、香りの種類、嗜好性により異なるが5~25%の範囲であり、好ましくは10~15%の範囲である。

【0012】本発明の固形状香料組成物の調製に用いられる好適な固形又は半固形油分としては、各種ポリエチレンワックス、マイクロクリスタリンワックス、パラフィンワックス、セレシン、ワセリンなどが挙げられ、融点53℃以上の炭化水素が最適である。これらのうちから、使用性、安定性等の良いものを選択しうる。固形又は半固形油分の配合量は5~30%が好ましい。更に好ましくは5~15%の範囲である。5%未満では固化が充分でなく油っぽい使用感になり安定性も悪く、25%を超

ると硬すぎて肌への付着や伸展性に欠け、好ましくない。

【0013】本発明の固形状香料組成物の調査に用いられる好適な液状油分としては、香料の安定性を損わないものであり、例えば、流動パラフィン、流動イソパラフィン、スクワラン等の炭化水素類、ジメチルポリシロキサン等のシリコン油、イソプロピルミリスレート等の合成エステル油で、30℃における粘度が50cps以下の油分である。中でも、球状シリコン樹脂粉末との親和性の点から、炭化水素系の固形油分または半固形油分とシリコン油の組合せが最も適している。液状油分の配合量は15~40%が好ましい。15%未満では流動性がなくなるためつくりにくく、40%を超えるとずるずるとした使用性になり好ましくない。

【0014】本発明の固形状香料組成物には、本発明の効果を増大させる範囲で、通常化粧品や外用剤に配合される他の成分を配合することができる。例えば、化粧品一般に用いられる揮発性油分、ゲル化剤、有機・無機・その他の着色剤、充填剤、分散剤、酸化防止剤、防腐剤などが配合され得る。

【0015】本発明において、油性固形状香料組成物とは、容器から直接あるいは指またはチップ、スポンジなどを用いて皮膚や毛髪、爪等に塗布する油性固形状の製品であって、香りの安定性が問題とされる全ての製品を包含するものである。また、本発明の油性固形状香料組成物の剤型は、スティック状や、中皿や瓶（ポット）型容器に流し込んで固化したものなど、油性固形状であれば任意の剤型をとり得るものである。

【0016】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明する。しかし、本発明はこれらによって何ら限定されるものではない。

実施例1~4、比較例1~4

表2の処方の油性固形状香料組成物を下記製法に従って調製し、各サンプルについて、外観、使用感、中味安定性（経時）および匂い安定性の評価を行った。結果を表2に示す。

(製法) 基剤原料を加熱溶解して均一に混ぜる。これに色材原料を加え、ローミル処理を行ない、充分均一分散させた後、再溶解し、これに球状粉末を加え、攪拌脱泡した後に、気泡の入らないように、香料を加えよく混ぜた後軽く脱気し、軟膏登状の容器に流し込み、急冷して固める。色材を加えない場合にはローミル処理を省略出来る。

〔試験方法〕

(1) 外観：専門パネラー10人の外観評価の結果を4段階で表現した。

(2) 使用性：専門パネラー10人に使用させ、練り香水として官能評価した。

(3) 中味経時安定性：上記、各実施例及び比較品のサン

プルを、45℃恒温槽に2週間保存し、オイルの分離について目視評価した。

(4) 匂い安定性：(3)と同一条件で保存したサンプルを、香りの専門パネラー2名により、香りの変化を官能評価した。以上の試験法による評価は、いずれも次の4段階の評価で行った。

◎：非常に良好

○：良好

△：普通

×：劣る

【0017】

【表2】

実施例、比較例の処方および評価結果

		実施例 1	" 2	" 3	" 4	比較例 1	" 2	" 3	" 4
球状粉末	球状シリコーン粉末 (トスバール145)	30	40	50	60	20	70	—	—
	架橋ポリスチレン球状粉末	—	—	—	—	—	—	40	—
基剤	ガリナックス (mp 75 °C)	10	—	—	5	—	—	—	15
	セレシン	—	15	10	—	10	—	15	10
	ワセリン	3.8	15	13.8	—	5	5	—	10
	流動パラフィン	20	—	—	—	20	—	18.8	18.8
	ジメチルポリシロキサン	20	—	5	30	30	10	—	20
	1,2-ジメチルシロキサン	—	3.8	10	—	—	10	—	20
色材	酸化チタン	1	1	1	—	—	—	1	1
	赤色 201号	—	0.1	—	—	—	—	0.1	0.1
	赤色 202号	—	0.1	0.1	—	—	—	0.1	0.1
	黄色 4号	—	—	0.1	—	—	—	—	—
	酸化鉄 赤	0.1	—	—	—	—	—	—	—
香料	" 黄	0.1	—	—	—	—	—	—	—
	香料	15	25	10	5	15	5	25	5
合 計		100	100	100	100	100	100	100	100
評価	(1)外観	◎	◎	◎	◎	○	×	×	○
	(2)使用感	○	○	◎	◎	△	○	△	△
	(3)中味安定性	◎	◎	◎	◎	×	◎	△	△
	(4)匂い安定性	◎	◎	◎	◎	◎	◎	△	○

【0018】

【発明の効果】本発明の油性固形香料組成物は、中味の経時安定性と香りの安定性がよく、更になめらかな外観

を有し、塗布時のべたつきがなく、さらっとした滑らかな感触で、使用感の優れたものである。